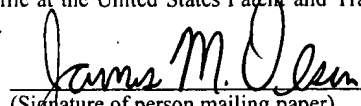


PATENT  
Attorney Docket No. H 4165

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

I hereby certify that this correspondence is being hand delivered to the Commissioner of Patents and Trademarks, Washington, D.C. 20231 on this 24th day of July, 2001, to the location of the file at the United States Patent and Trademark Office, PCT Legal, Crystal Plaza 2, 7th Floor, Room 07/D05, Arlington, Virginia.

James M. Olsen  
Printed name of person mailing paper)

  
(Signature of person mailing paper)

In re Application of:

Josef Otto RETTENMAIER et al.

Serial No.: 09/380,739

Group Art Unit: Unassigned

Filed: December 15, 1999

Examiner: Unassigned

For: LAUNDRY DETERGENT COMPACT  
WHICH DISINTEGRATES IN LIQUIDS

Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

**CLAIM FOR PRIORITY**

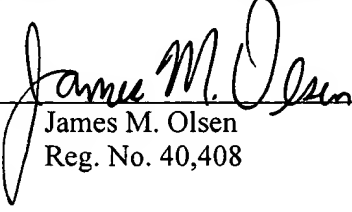
Under the provisions of Sections 119 or 365 of 35 U.S.C., Applicants hereby claim the benefit of the filing date of TABLET DISINTEGRATING IN LIQUID, German Patent Application No. 197 09 991.2, filed March 11, 1997, for the above-identified U.S. Patent Application. In support of Applicants' claim for priority, filed herewith is one certified copy of the above.

Respectfully submitted,

CONNOLLY BOVE LODGE & HUTZ LLP

Dated: July 24, 2001

By:

  
James M. Olsen  
Reg. No. 40,408

154347\_1.DOC  
Serial No. 09/380,739  
Attorney Docket No. H 4165 (155\*332)

10 Rec'd JUL 24 2001

PATENT  
Attorney Docket No. H 4165

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

I hereby certify that this correspondence is being hand delivered to the Commissioner of Patents and Trademarks, Washington, D.C. 20231 on this **24th** day of **July, 2001**, to the location of the file at the United States Patent and Trademark Office, PCT Legal, Crystal Plaza 2, 7th Floor, Room 07/D05, Arlington, Virginia.

James M. Olsen  
Printed name of person mailing paper)

James M. Olsen  
(Signature of person mailing paper)

In re Application of:

Josef Otto RETTENMAIER et al.

Serial No.: 09/380,739

Filed: December 15, 1999

For: LAUNDRY DETERGENT COMPACT  
WHICH DISINTEGRATES IN LIQUIDS

Group Art Unit: Unassigned

Examiner: Unassigned

**Commissioner for Patents**  
**Washington, D.C. 20231**

Sir:

**SUBMISSION OF CERTIFIED TRANSLATION OF PRIORITY DOCUMENT**

Applicants submit herewith a certified English translation of the priority document (German Patent Application No. 197 09 991.2, filed March 11, 1997) for the above-identified patent application. No additional fee should be required. If there are any other fees due in connection with the filing of this submission, please charge the fees to our Deposit Account No. 03-2775.

Respectfully submitted,

CONNOLLY BOVE LODGE & HUTZ LLP

Dated: July 24, 2001

By: James M. Olsen  
James M. Olsen  
Reg. No. 40,408

154349\_1.DOC  
Serial No. 09/380,739  
Attorney Docket No. H 4165 (155\*332)

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

09/380739



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT**

**Aktenzeichen:** 197 09 991.2

**Anmeldetag:** 11. März 1997

**Anmelder/Inhaber:** J. Rettenmaier & Söhne GmbH + Co, Rosen-  
berg/DE; Henkel KGaA, Düsseldorf/DE.

Erstanmelder: J. Rettenmaier & Söhne GmbH &  
Co, Ellwangen/DE

**Bezeichnung:** In Flüssigkeit zerfallender Preßling

**IPC:** C 11D 17/00

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.



München, den 18. Juni 2001  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Faust

UNSER ZEICHEN: 97 228 (8) P/at

Düsseldorf, den 11. März 1997

J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.

D - 73494 Ellwangen-Holzmühle

**In Flüssigkeit zerfallender Preßling**

Die Erfindung bezieht sich auf einen Preßling der dem Oberbegriff des Anspruchs 1 entsprechenden Art.

Die Darbietung in Form von Preßlingen dieser Art ist bei  
5 Spülmitteln bereits bekannt. Diese werden zur Erleichterung der Handhabung und der Dosierung in Form von sogenannten "Tabs" (von "Tabletten") angeboten, die Größe und Gestalt von Pralinen aufweisen und eine für einen Spülgang in der Spülmaschine ausreichende Menge an Spülmittel enthalten.  
10 Obwohl die Spülmittel-Preßlinge durch das Pressen wie kleine Steine wirken, lösen sie sich, ohne eigentlich zu zerfallen, in strömendem warmem Wasser, von außen nach innen fortschreitend, rasch und vollständig auf, und zwar durch Lösung der Inhaltsstoffe in dem Wasser. Diese Eigen-  
15 schaft der Spülmittelpreßlinge ist auf die Zusammensetzung von Spülmitteln zurückzuführen, die keine stark unterschiedlichen Bestandteile und insbesondere keine unlöslichen Bestandteile enthalten.

20

Das Problem einer einfach und sicher zu handhabenden Dosierung stellt sich nicht nur bei Spülmitteln, sondern auch bei anderen Stoffen, und zwar nicht nur im Haushalt, sondern auch im gewerblichen Bereich. Beispiele sind zum Beispiel Farbstoffzusammensetzungen für das Färben von Textilien, sonstige Chemikalien, aus denen Lösungen bestimmter Konzentrationen zu bereiten sind und insbesondere Waschmittel für textiles Waschgut, vorzugsweise im Haushalts- und Gewerbebereich, zum Beispiel Kleidungsstücke, Bett- und Tischwäsche, Handtücher und dergleichen. Waschmittel für diese Zwecke werden bisher nur in fließ- oder rieselfähiger Form in den Handel gebracht, also als Flüssigkeit und überwiegend als Pulver oder Granulat. Diese Form der Konfektionierung erfordert eine vom Anwender vorzunehmende Portionierung, d.h. es muß eine bestimmte Menge Flüssigkeit oder eine bestimmte Menge Pulver oder Granulat in die Waschmaschine gegeben werden. Hierbei sind erhebliche Fehler möglich, wenn der Anwender zuviel oder zuwenig Waschmittel verwendet, sei es versehentlich, sei es absichtlich. Auch sind Verschmutzungen durch bei der Dosierung des Waschmittels verschüttete Anteile häufig.

Die Technik der Darbietung in Preßlingen, die jeweils eine größere, zum Beispiel für einen Waschgang ausreichende Menge der Inhaltsstoffe enthalten, wäre auch für Waschmittel von großer Bedeutung, da sich dann die Dosierung auf ein Abzählen beschränken könnte und keine Wäge- oder Volumenmeßvorgänge notwendig wären. Die Waschmittel unterscheiden sich jedoch von den Spülmitteln dadurch, daß sie sich wesentlich schneller in der Waschflüssigkeit verteilen müssen und ihre Inhaltsstoffe nicht nach und nach abgegeben werden sollen. Auch enthalten die Waschmittel Bestandteile, die sich im Wasser nicht lösen. Die Unterschiede in der Struktur der Inhaltsstoffe haben dazu geführt, daß bisher den Spülmitteltabs vergleichbare Portionierungen bei Waschmitteln nicht möglich gewesen sind.

Ähnliche Probleme liegen auch bei einer ganzen Reihe von anderen chemischen Inhaltsstoffen vor, die dosiert in eine Flüssigkeit eingebracht werden müssen.

5 Die Flüssigkeit ist in den meisten Fällen Wasser, doch ist die Erfindung darauf nicht beschränkt. Sie kann vielmehr auch bei anderen Flüssigkeiten, zum Beispiel Alkohol oder dergleichen Verwendung finden.

10 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen gattungsgemäßen Preßling so ausgestalten, daß er nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch desintegriert und die Inhaltsstoffe freisetzt, so daß sie in der Flüssigkeit verteilbar sind.

15 Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

20 Der Preßling wird so ausgelegt, daß ein Preßling oder eine Anzahl von Preßlingen die für einen Ansatz benötigte Menge an Inhaltsstoffen enthält. Die Portionierung geschieht durch Zugabe eines oder mehrerer dieser Preßlinge, also auf einfache Weise durch Abzählen, aber nicht mehr durch  
25 Zumessen einer bestimmten Menge eines flüssigen oder rieselfähigen Mittels. Der Preßling muß so beschaffen sein, daß er die Handhabung beim Transport, bei der Lagerung und bei der Zumessung ohne Absplitterungen und ohne wesentlichen Abrieb übersteht, aber andererseits im Wasser sich mit hinreichender Schnelligkeit auflöst. Hierfür ist das  
30 Sprengmittel in Gestalt des kleinteiligen cellulosehaltigen Materials vorgesehen, welches wie bei einer medizinischen Tablette dafür sorgt, daß beim Kontakt mit der Flüssigkeit, insbesondere dem Wasser, durch eine Volumenzunahme der kleinteiligen Partikel innerhalb der Mischung der  
35 Inhaltsstoffe und des Sprengmittels in dem Preßling Risse

auftreten, durch die das Wasser rasch in das Innere des Preßlings eindringt und dessen Zerfall herbeiführt.

5 Wenn auch die Erfindung eine über den Bereich der Waschmittel hinausgehende Bedeutung hat, so sind die Waschmittel doch ein wichtiges Anwendungsbeispiel.

10 Die Herstellung von Preßlingen aus Waschmittel ist nicht einfach. Das Verpressen eines Waschpulvers zu einem einigermaßen haltbaren Preßling, der sich trotzdem hinreichend rasch auflöst, ist bisher nicht möglich gewesen. Bei entsprechend hohen Preßdrücken läßt sich zwar ein fester Preßling herstellen, der aber in Wasser in den in Betracht kommenden Zeiträumen nicht zerfällt, um die Inhaltsstoffe  
15 freizugeben.

Unter diesem Aspekt kommt dem in dem Preßling enthaltenen Sprengmittel in Gestalt des cellulosehaltigen Materials eine besondere Bedeutung zu. Bei den Waschmitteln ließen  
20 sich damit gebrauchsfähige Preßlinge herstellen, die in den in Betracht kommenden Zeiträumen im Wasser zerfallen.

25 Eine sehr wichtige Weiterbildung der Erfindung besteht darin, daß das kleinteilige cellulosehaltige Material, vor der Beimischung zu den Inhaltsstoffen, also zum Beispiel zu dem pulverförmigen Waschmittel, kompaktiert ist.

30 Der Ausdruck "Kompaktieren" soll hierbei die Ausübung eines Drucks auf das cellulosehaltige Material bedeuten, der das Volumen des cellulosehaltigen Materials zusammendrückt, ohne daß die Fasern zerstört werden. Die Partikel sollen also bei der Kompaktierung deformiert worden sein, im Gegensatz zur Aggregation, bei der lediglich eine Anlagerung der Partikel ohne wesentliche Änderung ihrer  
35 Gestalt gegeben ist. Die Kompaktierung in diesem Sinne soll vor der Beimischung des so erzeugten Sprengmittels zu

den Inhaltsstoffen vorgenommen werden. Wenn dann der Preßling in Kontakt mit Wasser oder der sonstigen Flüssigkeit kommt, springt das cellulosehaltige Material aus seinem kompaktierten Zustand wieder in einen Zustand mit offenem, entspanntem Volumen auf. Ob dieser Vorgang auf kapillaren oder anderen Kräften beruht, kann dahinstehen. Jedenfalls ist die Volumenvergrößerung wesentlich stärker als diejenige, die bei einer reinen Quellung des cellulosehaltigen Materials entsteht.

10

Wichtig ist auch die Bereitstellung des cellulosehaltigen Materials als Granulat (Anspruch 4).

15

Es werden also aus dem feinstteiligen, zum Beispiel gemahlenen, Ausgangsmaterial bei oder nach der Kompaktierung Granulatpartikel hergestellt, die größere Aggregate aus einer Vielzahl von Ausgangsteilchen bilden. Diese größeren Aggregate, also die Granulatpartikel, werden den Inhaltsstoffen beigemischt, und es wird die Mischung zu den Preßlingen verpreßt.

20

25

Der Sinn dieser Maßnahmen besteht darin, daß das einzelne feinste Ausgangsteilchen des cellulosehaltigen Materials in Kontakt mit der Flüssigkeit zwar die gleiche relative Volumenvergrößerung erfährt wie ein größeres Aggregat, daß aber die absolute Volumenvergrößerung eines feinsten Ausgangsteilchens zu gering ist, um in dem Material des Preßlings eine für die Reißbildung ausreichende lokale Ausdehnung zustandezubringen. In die Granulatpartikel addieren sich die Einzelbeträge zu einer makroskopischen lokalen Dehnung mit ausreichender Sprengwirkung.

30

35

Die erfindungsgemäß als Sprengmittel einzusetzenden "cellulosehaltigen Materialien" sollen solche sein, in denen die Cellulose zumindest überwiegend chemisch unverändert noch vorhanden ist.



Es ist bekannt (siehe "Römp- Chemie-Lexikon", 9. Auflage (1995), Seite 4990, Stichwort "Waschmittel") Waschmitteln sogenannte Vergrauungsinhibitoren zuzusetzen, d.h. Schmutzträger, die verhindern, daß der von der Faser des Waschguts abgelöste Schmutz aus der Flotte wieder auf die Faser aufzieht und auf dieser einen grauen Überzug bildet. Für diese Zwecke werden Cellulosederivate eingesetzt, insbesondere Carboxymethylcellulose. Es handelt sich hierbei aber um eine chemisch veränderte Cellulose, die eine Funktion als Sprengmittel nicht auszuüben vermag.

Um bei Waschmitteln, wenn diese zu einem Preßling ausreichender Festigkeit notwendige Pressung erfahren haben, die erforderliche rasche Auflösung zu erreichen, bedarf es nicht nur eines Sprengmittels besonderer Wirksamkeit, sondern auch eines solchen, welches sich chemisch beim Waschvorgang und auch anschließend nach der Wäsche auf dem Waschgut möglichst wenig bemerkbar macht. Beides wird durch die Verwendung des cellulosehaltigen Materials insbesondere in kompaktierter Form als Sprengmittel gewährleistet. Das cellulosehaltige Material ist in Waschlösungen praktisch inert und tritt auf dem Waschgut praktisch nicht in Erscheinung.

Eine Teilchengröße des Ausgangsmaterials, welches nach dem Kompaktieren in größeren Granulatpartikeln vorliegt, von 40 - 60 µm hat sich für Waschmittel als zweckmäßig erwiesen (Anspruch 5). Feinstteilige cellulosehaltige Ausgangsmaterialien dieser Kornfeinheit lassen sich mit noch tragbarem Zerkleinerungsaufwand herstellen und treten auf dem Waschgut praktisch nicht in Erscheinung.

Eine wichtige Bemessung ist die Dichte des kompaktierten cellulosehaltigen Materials nach Anspruch 6, weil sie ein Maß für die geeignete Zusammenpressung des Materials darstellt, bei der der richtige Kompromiß zwischen für die

Handhabbarkeit ausreichender Festigkeit des Preßlings und ausreichender Zerfallsbereitwilligkeit vorliegt.

5      Gemäß Anspruch 7 können die kompaktierten Partikel des  
cellulosehaltigen Materials, also das Granulat, eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0mm aufweisen, insbesondere von 0,3 bis 1,5mm (Anspruch 8), wobei die zweckmäßigste Partikelgröße auch von der Größe des Preßlings und indirekt auch von der Art der Inhaltsstoffe des Preßlings abhängt,  
10      insofern zum Beispiel verschiedene Waschmittel verschiedene Zusammensetzungen mit verschiedenen Preß- und Spreng-eigenschaften aufweisen.

15      Gemäß Anspruch 9 kann der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 3 bis 6 Prozent betragen.

20      Es kann sich auch empfehlen, daß der Preßling zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt (Anspruch 10).

25      Dieser Anteil wirkt zwar nicht als Sprengmittel, kann aber in der gepreßten Masse eine Art Dochtwirkung entfalten und für das schnellere Vordringen des Wassers in das Innere des Preßlings nützlich sein.

30      Der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling kann 1 bis 3 Prozent betragen (Anspruch 11).

Das in dem Preßling enthaltene kompaktierte cellulosehaltige Material kann eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweisen (Anspruch 12).

35      Derartige Mittel sind für sich genommen als Tabletten-sprengmittel im Pharmabereich bekannt (siehe "Römpf-Che-

mie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 4440, Stichwort "Tablettensprengmittel").

5

Weiterhin kann sich empfehlen, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist (Anspruch 13), welches einen Gewichtsanteil von 0,5 bis 5,0 Prozent des fertigen Preßlings ausmachen kann (Anspruch 14) und zusätzlich zu dem im pulverförmigen Waschmittel schon enthaltenen Tensid in dem Preßling vorhanden ist. Das Tensid soll die Verteilung der Flüssigkeit entlang der Oberfläche der Partikel des cellulosehaltigen Materials fördern.

10

15

Die Dispergiereigenschaften des cellulosehaltigen Materials können gesteigert werden, wenn dieses zumindest teilweise fibrilliert ist, d.h. bis auf Bündel aus jeweils wenigen parallelliegenden Cellulosefasern zerkleinert ist (Anspruch 15).

20

25

Zur Erzielung einer ausreichenden Dispergierbarkeit, d.h. eines alsbaldigen Zerfalls des Preßlings nach dem Einbringen in die Flüssigkeit, empfiehlt es sich ihn aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulatartigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht zu pressen.

30

Die Preßlinge sollen also nur durch die erfolgte Pressung zusammenhalten, nicht aber über flüssige, anschließend erhärtende Anteile, die den Zerfall des Preßlings in der Flüssigkeit bzw. dem Wasser verzögern würden.

35

Bei den Entwicklungsarbeiten haben sich besonders zwei Arten von cellulosehaltigem Material ausgezeichnet, nämlich TMP (= Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 17) und CTMP (= Chemo Thermo Mechanical Pulp) (Anspruch 18).

Es sind dies zwei Arten von sogenanntem Holzstoff. Bei dem TMP-Verfahren werden Holzschnitzel unter Dampfdruck bei ca. 130°C in Druckrefinern zu TMP zerfasert. Bei der Verwendung von Chemikalien in der Holzschnitzelvordampfung ergibt sich CTMP (siehe "Römpp-Chemie-Lexikon" 9. Auflage (1995), Seite 3207, Stichwort "Papier").

Bei den Holzstoffen TMP und CTMP hat zwar eine gewisse Auslaugung des Materials stattgefunden, doch sind die Lignine, Harze und sonstigen Holzbegleitstoffe nicht vollständig entfernt, insbesondere nicht so vollständig wie bei der Celluloseherstellung. Es handelt sich also bei diesen Holzstoffen um cellulosehaltige Materialien, die noch einen Rest des Holzcharakters behalten haben.

Die vorgenannten beiden Materialien haben sich als Sprengmittel für die in Rede stehenden Preßlinge als besonders wirksam erwiesen, insbesondere in kompaktiertem Zustand. Weder reine Holzprodukte wie Holzmehl oder Holzfasern noch reine Cellulose sind in ihrem Sprengverhalten vergleichbar. Bei den "mittelbehandelten" Produkten TMP und CTMP liegt ein deutliches Wirkungsmaximum vor.

Die in Betracht kommenden Abmessungen des Preßlings sind durch eine größte Abmessung von etwa 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm gekennzeichnet.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Waschmittel in der Konfektionierungsform nach Anspruch 20.

In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung schematisch dargestellt.

Fig. 1 zeigt eine mögliche Art der Kompaktierung von cellulosehaltigem Material;

Fig. 2 zeigt eine kompaktierte Granulatpartikel;

Fig. 3 zeigt einen Waschmittelpreßling.

5 Gemäß Fig. 1 wird eine Schüttung 1 aus cellulosehaltigem Material, in dem Ausführungsbeispiel TMP einem Preßwalzenpaar 2 zugeleitet, in welche eine Kompaktierung unter Zusammendrückung des Volumens der einzelnen Partikel und unter Verbindung derselben zu einer Art zusammenhängender,  
10 verdichteter Bahn 3 erfolgt. 4 symbolisiert das Zerkleinern der Bahn 3 zu einem Granulat 5.

Ein einzelnes Granulatkorn 5 ist in Fig. 2 dargestellt. Es enthält eine größere Anzahl von feinstteiligen TMP Partikeln 6, deren Partikelgröße etwa 50  $\mu\text{m}$  beträgt, d.h. das  
15 TMP Material hat eine Korngrößenverteilung, deren Maximum bei etwa 50  $\mu\text{m}$  liegt. Die einzelnen feinstteiligen TMP-Partikel 6 halten durch die in dem Preßwalzenpaar 2 erfahrene Pressung zusammen. Gleichzeitig sind die einzelnen  
20 Partikel 6 in dem Preßspalt gegenüber ihrer Ursprungsge-  
stalt zusammengedrückt worden, d.h. sie haben eine Kompaktierung erfahren.

Die Granulatpartikel 5 haben ihrerseits eine Korngrößenverteilung mit einem Maximum bei etwa 2 mm, d.h. die Größe der Granulatpartikel 5 liegt um etwa 2 Größenordnungen über der Größe der in ihr enthaltenen feinstteiligen TMP Partikel.  
25

30 Gemäß Fig. 2 können in der Granulatpartikel 5 auch noch nicht kompaktierte cellulosehaltige Partikel 7 enthalten sein, die durch kurze grade Striche angedeutet sind und die eine Beschichtung mit einem Tensid aufweisen können, um das Eindringen der Flüssigkeit, insbesondere des Wasch-  
35 wassers zu fördern.

Die Waschmittelzusammensetzung liegt ihrerseits als Pulver/Granulat-Gemisch vor. Die einzelnen Waschmittelpartikel sind in Fig. 3 mit 8 bezeichnet. Die Waschmittelzusammensetzung wird mit den Granulatpartikeln 5 aus TMP, die in Fig. 3 als kleine Kreise dargestellt sind, vermischt und sodann zu einem Preßling 10 verpreßt, der gemäß Fig. 3 als kleiner Quader mit Kantenlängen von 2 bis 3 cm ausgebildet ist. Es kommen aber auch alle anderen Formen in Betracht, zum Beispiel kleine Kreisscheiben oder dergleichen.

Die Pressung der Preßlinge 10 erfolgt so, daß sie bei der Handhabung nicht zerbröckeln, daß sie aber beim Einbringen in die Flüssigkeit praktisch augenblicklich zerfallen und die Waschmittelzusammensetzung freigeben. Dies wird durch die Granulatpartikel 5 bewirkt, die im Kontakt mit dem Waschwasser sofort ihre frühere Gestalt zurückgewinnen, d.h. die Kompaktierung rückgängig machen, und dadurch an Volumen zunehmen. Wenn es sich um eine 20-prozentige Volumenzunahme handelt und die einzelne Partikel beispielsweise 2 mm groß ist, entsteht bei der Kontaktierung mit dem Wasser eine Dehnung von 0,4 mm, die ausreicht, um den nur durch die trockene Pressung herbeigeführten Verbund des Preßlings 10 lokal zu sprengen und die Waschmittelpartikel freizusetzen. Auch die Granulatpartikel 5 selbst zerfallen im Kontakt mit dem Waschwasser, so daß darin schließlich nur noch die einzelnen Partikel 6 und 7 des cellulosehaltigen Materials vorhanden sind, die chemisch im wesentlichen inert sind und auch sonst keine Störung des Waschvorgangs erzeugen.

UNSER ZEICHEN: 97 228 (8) P/at

Düsseldorf, den 11. März 1997

J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.

D - 73494 Ellwangen-Holzmühle

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Preßling aus pulver- und/oder granulatförmigen Inhaltsstoffen, der nach dem Einbringen in Flüssigkeit zur alsbaldigen Auflösung/Dispergierung unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmt ist, **gekennzeichnet** durch ein eingemischtes Sprengmittel aus kleinteiligem cellulosehaltigen Material.
2. Preßling nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Inhaltsstoffe eine Waschmittelzusammensetzung sind.
3. Preßling nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material vor dem Beimischen zu den Inhaltsstoffen kompaktiert ist.
4. Preßling nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das aus feinstteiligem Ausgangsmaterial kompaktierte cellulosehaltige Material in dem Preßling als Granulat vorliegt.

5. Preßling nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Waschmittelzusammensetzung die Teilchengröße des Ausgangsmaterials 20 bis 200  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 40  $\mu\text{m}$  bis 60  $\mu\text{m}$  beträgt.

5

6. Preßling nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat eine Dichte von 0,5 bis 1,5  $\text{g/cm}^3$  aufweist.

10

7. Preßling nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,2 bis 6,0 mm aufweist.

15

8. Preßling nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das kompaktierte Granulat des cellulosehaltigen Materials eine Partikelgröße von 0,4 bis 1,5 mm aufweist.

20

9. Preßling nach einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 3 bis 6 Prozent beträgt.

25

10. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß er zusätzlich einen Anteil an kleinteiligem nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Material umfaßt.

30

11. Preßling nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des nicht-kompaktierten cellulosehaltigen Materials an dem fertigen Preßling 1 bis 3 Prozent beträgt.

35

12. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene



cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Quell- bzw. Verdickungsmittel aufweist.

5

13. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das in dem Preßling enthaltene cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit einem Tensid aufweist.

10

14. Preßling nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling das Tensid in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 2,0 Prozent des fertigen Preßlings enthält.

15

15. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling fibrilliertes cellulosehaltiges Material enthält.

20

16. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Preßling aus einer Mischung der pulverförmigen oder granulatartigen Inhaltsstoffe mit dem kleinteiligen, cellulosehaltigen Material trocken bzw. erdfeucht gepreßt ist.

25

17. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) ist.

30

18. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) ist.

35

19. Preßling nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die größte Abmessung des Preßlings 1 bis 10 cm, vorzugsweise 2 bis 4 cm beträgt.

20. Waschmittel für textiles Waschgut als ein Sprengmittel enthaltender fester, jedoch in Wasser zerfallender Formkörper.

UNSER ZEICHEN: 97 228 (8) P/at

Düsseldorf, den 11. März 1997

J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.

D - 73494 Ellwangen-Holzmühle

### Z u s a m m e n f a s s u n g

Ein Preßling aus pulver- und/oder granulatförmigen Inhaltsstoffen enthält als Sprengmittel wirkende Partikel aus cellulosehaltigem Material, insbesondere in kompaktierter Form. Als cellulosehaltiges Material kommen TMP und CTMP in Betracht (Fig. 3).

5

FIG. 1

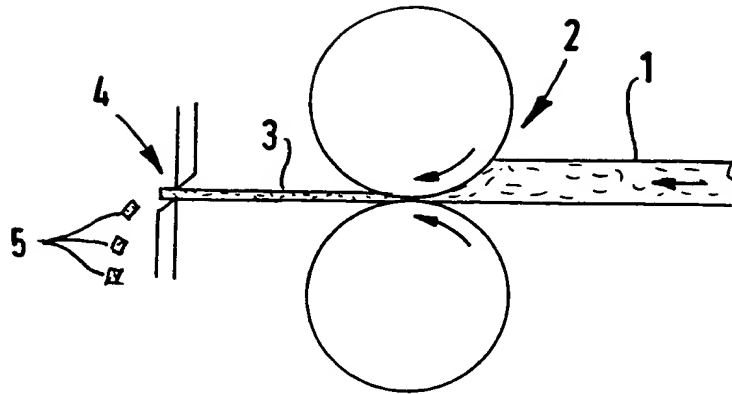


FIG. 2

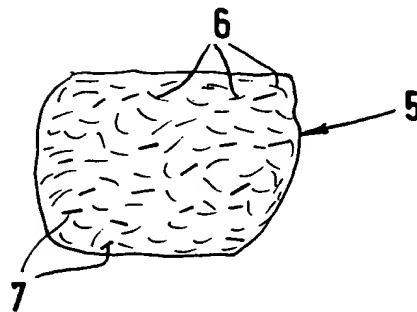
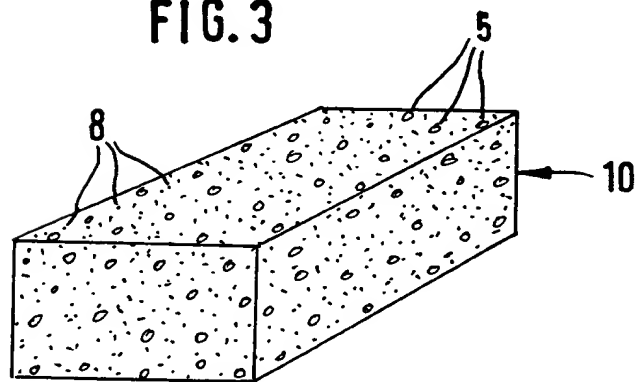


FIG. 3



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

VERIFIED DECLARATION

I, ROGER CHARLES STANFORD TUNN, Technical Translator of 4, Plymouth Park, Sevenoaks, Kent, England, do hereby declare that I am conversant with the German and English languages and am a competent translator thereof. I declare further that my name is included in the list of people from whom the Comptroller is prepared to accept translations from the German language and that the attached is a true translation into the English language made by me of German "Offenlegungsschrift" DE 197 09 991 A1.

I further declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issuing thereon.

I hereby subscribe my name to the foregoing declaration, this 9th day of April, 2001.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'R. C. Stanford Tunn', with a stylized, wavy flourish extending to the right.

Roger Charles Stanford Tunn

- (19) Federal Republic of Germany  
German Patent Office
- (12) Offenlegungsschrift
- (10) DE 197 09 991 A1
- (51) Int. Cl.: C 11 D 17/00
- (21) Serial No.: 197 09 991.2
- (22) Filing date: 11.3.97
- (43) Laid open on: 17.9.98
- 
- (71) Applicant:  
Herzog, Stefan, 80333 Munich, DE
- (72) Inventor:  
Not to be named
- (74) Agents:  
Palgen und Kollegen, 40239 Düsseldorf
- (56) Citations: DE 41 33 862 A1 DE 34 17 820 A1 US 5,382,377  
US 4,013,581 EP 0 737 738 A2 EP 0 466 484 A2  
Derwent ref.: 93-340000/43

The following particulars are taken from the documents as filed by the applicant

Request for examination under § 44 Pat. Act has been made

- (54) Tablet disintegrating in liquid
- (57) A tablet of powder-form and/or granular ingredients contains particles of cellulose-containing material acting as a disintegrator, more particularly in compacted form. The cellulose-containing material may be TMP or CTMP (Fig. 3).

(Figure)

**Description**

This invention relates to a tablet of the type corresponding to the preamble of claim 1.

It is already known that detergents can be made up in the form of  
5 tablets in order to make them easier to handle and to dose. Detergent  
tablets have the shape and size of "chocolate creams" and contain enough  
detergent for one wash cycle in the dishwashing machine. Although  
detergent tablets have the appearance of small bricks, they dissolve  
quickly and completely from outside to inside, without actually  
10 disintegrating, in warm running water through dissolution of their  
ingredients in the water. This property of the detergent tablets is  
attributable to the composition of detergents which do not contain vastly  
different ingredients and, in particular, do not contain any insoluble  
ingredients.

15 The problem of convenient handling and easy dosage arises not  
only with detergents, but also with other substances and not only in the  
home, but also in the industrial sector. Examples are, for instance, dye  
compositions for the dyeing of textiles, other chemicals from which  
solutions having certain concentrations are to be prepared and, more  
20 particularly, laundry detergents for washing fabrics, preferably in the  
domestic and institutional sectors, for example articles of clothing, bed and  
table linen, towels and the like. Hitherto, detergents for applications such  
as these have only been marketed in free-flowing form, i.e. as liquids but  
for the most part as powders or granules. Liquid, powder-form or granular  
25 detergents have to be portioned by the user, in other words a certain  
quantity of liquid or a certain quantity of powder or granules has to be  
introduced into the washing machine. Serious errors are possible if the  
user employs too much or too little detergent whether by accident or  
intentionally. In addition, soiling by detergent spilt by the user during  
30 dosage is commonplace.

The technique of presentation in the form of tablets containing a relatively large quantity of the ingredients sufficient, for example, for a single wash cycle would also be of considerable importance for detergents because dosage could then be confined simply to counting and would not  
5 involve any weighing or volume measuring steps. However, laundry detergents differ from dishwashing detergents in the respect that they are expected to disperse much more quickly in the wash liquor and not to release their ingredients gradually. In addition, laundry detergents contain ingredients which do not dissolve in water. The effect of the structural  
10 differences between the ingredients has been that, hitherto, it has not been possible to portion laundry detergents in the same way as dishwasher tablets.

Similar problems also arise with a number of other chemical ingredients which have to be introduced into a liquid in dosed amounts.

15 The liquid is generally water, although the invention is by no means limited to water. On the contrary, the invention may also be used with other liquids, for example alcohol or the like.

The problem addressed by the invention was to design a tablet in such a way that, after introduction into the liquid, it would disintegrate  
20 rapidly and release its ingredients so that they could be distributed in the liquid.

This problem has been solved by the invention defined in claim 1.

The tablet is designed in such a way one tablet or a number of tablets contains the quantity of ingredients required for one wash cycle.  
25 Portioning is achieved by adding one or more of the tablets, i.e. simply by counting and no longer by measuring off a certain quantity of a liquid or powder. The tablet has to be constructed in such a way that it is capable of withstanding handling during transportation, storage and dosing without chipping or significant erosion, but on the other hand still dissolves  
30 sufficiently quickly in water. The responsibility for this is assumed by the



disintegrating agent in the form of the fine-particle cellulose-containing material which – as in the case of a pharmaceutical tablet – ensures that, on contact with the liquid, more particularly water, the increase in volume which the fine particles undergo in the mixture of ingredients and disintegrator results in the formation in the tablet of cracks through which the water rapidly penetrates into the interior of the tablet and leads to its disintegration.

Although the significance of the invention is by no means confined to laundry detergents, laundry detergents are nevertheless an important example of application.

Laundry detergent tablets are not easy to produce. The compression of a washing powder into a stable tablet which nevertheless dissolves sufficiently quickly has not yet been possible. Although a stable tablet can be produced by applying correspondingly high pressures, it does not dissolve in water in the time available to release the ingredients.

From this point of view, the disintegrator present in the tablet in the form of the cellulose-containing material assumes a particular significance. The detergents can thus be made up in the form of tablets which disintegrate in water in the time available.

According to one very important embodiment of the invention, the fine-particle cellulose-containing material is compacted before incorporation in the ingredients, i.e. for example in the powder-form laundry detergent.

In the context of the invention, the term "compaction" is understood to mean the application of a pressure to the cellulose-containing material which compresses its volume without destroying the fibers. Accordingly, the particles are intended to be deformed during the compaction step as opposed to aggregation where the particles are merely agglomerated without undergoing any significant change in shape. The compaction step as defined above is intended to be carried out before the disintegrator thus

produced is added to the ingredients. When the tablet comes into contact with water or the other liquid, the cellulose-containing material returns from its compacted state to a state of open expanded volume. Whether this process is based on capillary or other forces is not relevant. At all events, 5 the increase in volume is considerably greater than the increase in volume which takes place in the event of pure swelling of the cellulose-containing material.

The fact that the cellulose-containing material is made up in granular form is another important factor (claim 4).

10 Accordingly, granules which form relatively large aggregates or a number of starting particles are formed from the very fine-particle, for example ground, starting material during or after the compaction step. These relatively large aggregates, i.e. the granules, are added to the ingredients and the resulting mixture is tabletted.

15 The purpose of these measures is that, although the individual very fine starting particle of the cellulose-containing material undergoes the same relative increase in volume on contact with the liquid as a relatively large aggregate, the absolute increase in volume of a fine starting particle is too small to achieve a local expansion sufficient for crack formation in the 20 constituent material of the tablet. The individual increments are added together in the granules and lead to a macroscopic local expansion with an adequate disintegrating effect.

The "cellulose-containing materials" to be used as disintegrators in accordance with the present invention should be those in which the 25 cellulose is still present at least predominantly in chemically unmodified form.

It is known (see "**Römpp-Chemie-Lexikon**", 9th Edition (1995), page 4990, keyword "Waschmittel") that so-called redeposition inhibitors can be added to detergents, redeposition inhibitors being soil suspending 30 agents which prevent the soil detached from the fibers of the laundry from

being re-absorbed onto the fibers from the liquor and forming a grey coating thereon. Cellulose derivatives, more especially carboxymethyl cellulose, are used for this purpose. However, carboxymethyl cellulose is a chemically modified cellulose which is unable to act as a disintegrating agent.

Achieving the rapid dissolution required in the case of detergents which have been subjected to the compression required to form a tablet of sufficient strength requires not only a particularly effective disintegrator, but also a disintegrator which, chemically, has little effect on the washing process and which, subsequently, is not noticeable on the laundry after the washing process. Both these requirements are achieved by using the cellulose-containing material, more particularly in compacted form, as the disintegrator. The cellulose-containing material is substantially inert in wash liquors and is barely visible on the laundry.

A particle size of the starting material, which is present in relatively large granules after compaction, in the range from 40 to 60  $\mu\text{m}$  has proved to be appropriate for laundry detergents (claim 5). Fine-particle cellulose-containing starting materials in this particle size range can be produced at a reasonable granulation cost and are barely in evidence on the laundry.

An important dimension is the density of the compacted cellulose-containing material according to claim 6 because it is a measure of the suitable compression of the material at which the right compromise exists between sufficient tablet strength for handing and adequate disintegratability.

According to claim 7, the compacted particles of the cellulose-containing material, i.e. the granules, can have a particle size of 0.2 to 6.0 mm and, more particularly, in the range from 0.3 to 1.5 mm (claim 8), the most appropriate particle size also depending on the size of the tablet and, indirectly, on the nature of the tablet ingredients insofar as, for example, different detergents have different compositions with different compression

and disintegration properties.

According to claim 9, the percentage by weight of the compacted cellulose-containing material in the final tablet can be from 3 to 6%.

It can also be advisable for the tablet additionally to contain a fine-  
5 particle non-compacted cellulose-containing material in a certain quantity (claim 10).

Although this non-compacted fine-particle cellulose-containing material does not act as a disintegrator, it can develop a kind of wick effect in the compressed compound and can be useful in accelerating the  
10 penetration of the water into the interior of the tablet.

The percentage by weight of the non-compacted cellulose-containing material in the final tablet can be from 1 to 3% (claim 11).

The compacted cellulose-containing material present in the tablet may be coated with a swelling agent or thickener (claim 12).

15 Swelling agents/thickeners in their own right are known as tablet disintegrators in the pharmaceutical field (see "Römpp-Chemie-Lexikon" 9th Edition (1995), page 4440, keyword "Tablettensprengmittel (Tablet Disintegrators)").

It can also be advisable for the cellulose-containing material present  
20 in the tablet to be coated with a surfactant (claim 13) which can make up from 0.5 to 5.0% of the final tablet (claim 14) and which is present in the tablet in addition to the surfactant already present in the powder-form detergent. The surfactant is intended to promote the distribution of the liquid along the surface of the particles of the cellulose-containing material.

25 The dispersion properties of the cellulose-containing material can be improved by at least partial fibrillation of the material, i.e. size-reduction to bundles of a few parallel cellulose fibers (claim 15).

In order to achieve adequate dispersibility, i.e. prompt disintegration of the tablet after introduction into the liquid, it is advisable to dry the tablet  
30 or to compress it in earth-moist form from a mixture of the powder-form or

granular ingredients with the fine-particle cellulose-containing material.

Accordingly, the tablets should only hold together under the effect of the compression applied, and not under the effect of liquid, subsequently hardening constituents which would delay the disintegration of the tablet in the liquid or rather in the water.

In the course of the development work, two types of cellulose material in particular proved to be excellent, namely: TMP (thermomechanical pulp) (claim 17) and CTMP (chemothermomechanical pulp) (claim 18).

These materials are two types of so-called wood pulp. In the TMP process, wood chips are fiberized to TMP in pressure refiners at around 130°C (under steam pressure). Where chemicals are used in the presteaming of the wood chips, CTMP is obtained (see "Römpp-Chemie-Lexikon" 9th Edition (1995), page 3207, keyword "Papier").

Although some leaching of the material has taken place in the TMP and CTMP pulps, the lignins, resins and other wood impurities have not been completely removed, above all not as completely as in the production of cellulose. Accordingly, these wood pulps are cellulose-containing materials which still retain some of the wood character.

The two materials mentioned above have proved to be particularly effective disintegrators for the tablets under discussion, more particularly in compacted form. Neither pure wood products, such as sawdust or wood fibers, nor pure cellulose are comparable in their disintegration behavior. A clear maximum in terms of effect is present in the "medium-treated" products TMP and CTMP.

The appropriate dimensions of the tablet are characterized by a largest dimension of about 1 to 10 cm and preferably 2 to 4 cm.

The present invention also relates to a laundry detergent in the form claimed in claim 20.

One example of embodiment of the invention is schematically

illustrated in the accompanying drawings, wherein:

Figure 1 shows a possible method of compacting cellulose-containing material.

Figure 2 shows a compacted granule.

5 Figure 3 shows a laundry detergent tablet.

Referring to Fig. 1, a heap 1 of cellulose-containing material, in the illustrated embodiment TMP, is delivered to a pair 2 of pressure rollers between which compaction through compression of the volume of the individual particles and association thereof into a kind of cohesive,  
10 compacted sheet or web 3 takes place. The reference numeral 4 symbolizes the size-reduction of the sheet 3 into granules 5.

An individual granule 5 is shown in Fig. 2. It contains a relatively large number of fine TMP particles 6 with a particle size of about 50  $\mu\text{m}$ , i.e. the TMP material has a particle size distribution with a maximum at  
15 about 50  $\mu\text{m}$ . The very fine individual TMP particles 6 are held together by the compression to which they were subjected between the pair 2 of pressure rollers. At the same time, the individual particles 6 have been compressed in relation to their original shape in the roller gap, i.e. they have undergone compaction.

20 The granules 5 in turn have a particle size distribution with a maximum at around 2 mm, i.e. the size of the granules 5 is about two orders of magnitude larger than that of the very fine TMP particles present in them.

According to Fig. 2, the granules 5 may also contain non-compacted  
25 cellulose-containing particles 7 which are symbolized by short straight dashes and which can be coated with a surfactant to promote the penetration of the liquid, more particularly the wash liquor.

The detergent composition is present as a powder/granule blend. The individual detergent particles are denoted by the reference 8 in Fig. 3.  
30 The detergent composition is mixed with the granules 5 of TMP, which are

shown as small circles in Fig. 3, and the resulting mixture is compressed into a tablet 10 which is shown in Fig. 3 as a briquette with edge lengths of 2 to 3 cm. However, other shapes are also possible including, for example, small disks or the like.

- 5           The tablets 10 are compressed in such a way that they do not break up when handled, but disintegrate almost instantaneously and release the detergent composition on introduction into the wash liquor. This is achieved by the granules 5 which, on contact with the wash liquor, immediately recover their previous shape, i.e. reverse the compaction, and
- 10       thus increase in volume. When the increase in volume amounts to 20% and the individual particle is, for example, 2 mm in size, an expansion of 0.4 mm occurs on contact with the wash liquor and is sufficient locally to break down the cohesion of the tablet 10 produced by the dry compression and to release the detergent particles. The granules 5 themselves also
- 15       disintegrate on contact with the wash liquor so that, ultimately, they only contain the individual particles 6 and 7 of the cellulose-containing material which, chemically, are substantially inert and do not otherwise disrupt the washing process in any way.

**CLAIMS**

1. A tablet of powder-form and/or granular ingredients which, after introduction into liquid, is intended to dissolve/disperse immediately and release its ingredients, characterized by an incorporated disintegrator of fine-particle cellulose-containing material.
2. A tablet as claimed in claim 1, characterized in that the ingredients are a detergent composition.
3. A tablet as claimed in claim 1 or 2, characterized in that the cellulose-containing material is compacted before addition to the ingredients.
4. A tablet as claimed in claim 3, characterized in that the cellulose-containing material compacted from very fine-particle starting material is present in granular form in the tablet.
5. A tablet as claimed in any of claims 2 to 4, characterized in that, in the case of a detergent composition, the particle size of the starting material is in the range from 20 to 200  $\mu\text{m}$  and preferably in the range from 40 to 60  $\mu\text{m}$ .
6. A tablet as claimed in claim 4 or 5, characterized in that the compacted granules have a density of 0.5 to 1.5  $\text{g/cm}^3$ .
7. A tablet as claimed in any of claims 3 to 6, characterized in that the compacted granules of the cellulose-containing material have a particle size of 0.2 to 6.0 mm.
8. A tablet as claimed in claim 7, characterized in that the compacted granules of the cellulose-containing material have a particle size of 0.4 to 1.5 mm.
9. A tablet as claimed in any of claims 3 to 8, characterized in that the compacted cellulose-containing material makes up 3 to 6% by weight of the final tablet.
10. A tablet as claimed in any of claims 1 to 9, characterized in that it additionally contains fine-particle non-compacted cellulose-containing



material.

11. A tablet as claimed in claim 10, characterized in that the non-compacted cellulose-containing material makes up from 1 to 3% of the final tablet.

5 12. A tablet as claimed in any of claims 1 to 11, characterized in that the cellulose-containing material present in the tablet is coated with a swelling agent or thickener.

10 13. A tablet as claimed in any of claims 1 to 12, characterized in that the cellulose-containing material present in the tablet is coated with a surfactant.

14. A tablet as claimed in claim 13, characterized in that the tablet contains the surfactant in a percentage by weight of 0.5 to 2.0%, based on the final tablet.

15 15. A tablet as claimed in any of claims 1 to 14, characterized in that the tablet contains fibrillated cellulose-containing material.

16. A tablet as claimed in any of claims 1 to 15, characterized in that the tablet is dry-compressed or compressed in earth-moist form from a mixture of the powder-form or granular ingredients with the fine-particle cellulose-containing material.

20 17. A tablet as claimed in any of claims 1 to 16, characterized in that the cellulose-containing material is thermomechanical pulp (TMP).

18. A tablet as claimed in any of claims 1 to 16, characterized in that the cellulose-containing material is chemothermomechanical pump (CTMP).

25 19. A tablet as claimed in any of claims 1 to 18, characterized in that the largest dimension of the tablet is 1 to 10 cm and preferably 2 to 4 cm.

20. A laundry detergent in the form of a disintegrator-containing tablet which, although compact, disintegrates in water.